Faculdade de Administração e Negócios de Sergipe

Engenharia de Produção

Química Tecnológica

Apostila de Experimentos

Prof. Marcelo Boer Grings

ARACAJU/SERGIPE/2014

ÍNDICE

1. Objetivo da Disciplina

A disciplina Química Básica forma um conjunto de disciplinas básicas do curso de Engenharia de Produção. Nesta disciplina o aluno deverá aprender as técnicas básicas de preparação, purificação e caracterização de diversas substâncias, aprender a manipular substâncias tóxicas e inflamáveis e a montar as aparelhagens necessárias para diversas finalidades das outras áreas em química, como orgânica, bioquímica, Inorgânica, físico-química e analítica. Além desses aspectos, a disciplina oferece condições para o aluno aprimorar e ampliar seus conhecimentos básicos de química, através da interação com a disciplina teórica de Química Básica oferecida paralelamente.

2. Caderno de Laboratório

Visando um melhor aproveitamento da disciplina, cada aluno deverá ter um *Caderno de Laboratório* exclusivo para a disciplina, onde deverão constar todas as informações necessárias para a execução e compreensão do experimento a ser realizado. Antes do dia do experimento, a seqüência de atividades a serem desenvolvidas deverá ser elaborada e registrada pelo aluno no Caderno de Laboratório contendo:

1. título do experimento e data;
2. esquema do procedimento (diagrama de blocos) e da aparelhagem, se houver;
3. propriedades físicas dos principais reagentes (p.e., p.f., d, toxicidade, etc.);
4. equações das reações químicas;
5. cálculos envolvidos no experimento (concentração, estequiometria, etc);
7. observações e comentários;
8. bibliografia consultada.

3. Relatórios

Um relatório é o relato detalhado de um experimento científico, geralmente realizado em laboratório. Aprender a elaborar um relatório significa, antes de tudo, aprender a organizar dados, informações e resultados obtidos e transmiti-los de maneira correta, segundo os critérios científicos aceitos no mundo todo. Assim, o relatório faz parte do experimento.

Um relatório tem como objetivo principal, informar com exatidão e clareza como um experimento foi realizado. Caso queiram repetir o experimento, que sejam capazes de fazê-lo seguindo a descrição do seu relatório.

Devido à importância de se saber escrever bem dados científicos, o que também é de extrema importância para professores, após a realização de alguns experimentos deste curso, cada equipe de alunos elaborará um **Relatório Científico**. Este deverá ser entregue, **impreterivelmente**, uma semana após a execução do trabalho experimental. Nesse relatório deverão constar obrigatoriamente, e na seqüência indicada abaixo, os seguintes itens:

1. Uma página de capa
2. Resumo
3. Introdução
4. Objetivos
5. Parte Experimental
6. Resultados e discussão
7. Bibliografia

A seguir são apresentados alguns esclarecimentos para a preparação de cada item.

Capa – A capa do relatório deverá conter: o nome da instituição, nomes dos autores, título do experimento e local/data de realização do experimento. A Figura 1 apresenta um modelo de capa em papel A4.

Resumo – Consiste na descrição resumida do experimento e dos resultados obtidos, com a finalidade de dar uma idéia global do que foi feito sem a necessidade da leitura de todo o relatório. O resumo corresponde ao *abstract* de um artigo cientifico e não deve ultrapassar 5 linhas.

Faculdade de Administração e Negócios de Sergipe
Engenharia de Produção
Química Tecnológica

Nomes completos dos Alunos
Nomes completos dos Alunos

Título do Experimento

Aracaju - SE
2009

Figura 1: Modelo de capa para relatórios científicos em papel A4.

Introdução: Corresponde a uma breve descrição do assunto central do experimento, de modo a apresentá-lo ao leitor, ou seja, inteirá-lo do que será feito e o porquê da realização do experimento. Uma introdução pode conter também uma descrição teórica sobre o fenômeno em estudo extraída de livros textos relacionados ao assunto. Entretanto, não pode ser uma cópia de um texto ou de qualquer outra referência pesquisada, mas sim uma redação que oriente o leitor para o problema estudado e sua importância.

Objetivos: Parte do relatório onde são apresentados os objetivos específicos do experimento, ou seja, o que realmente se quer observar. Este item pode ser o último parágrafo da Introdução.

Parte Experimental – Deve conter uma descrição precisa e detalhada dos procedimentos utilizados, inclusive modificações que tenham sido feitas no roteiro, informando todos os dados importantes como quantidades de reagentes, solventes, tempo, temperatura das reações, métodos de análises, etc. Deve conter uma lista dos materiais, instrumentos, reagentes e soluções utilizadas.

Resultados e discussão – Esta seção é uma das mais importantes de um relatório. Primeiramente os resultados obtidos devem ser apresentados da forma mais clara e completa possível, na forma de tabelas, gráficos, equações químicas, cálculos, etc. Os dados devem estar inseridos dentro de um texto, seguindo uma seqüência lógica e de fácil entendimento. Em seguida, os resultados obtidos devem ser discutidos, ou seja, comentados pelos autores. Deve-se discutir possíveis fontes de erro, correlaciona-las com os dados obtidos, e, sempre que possível, comparar os resultados obtidos com os da literatura. Estes itens podem, opcionalmente, ser apresentados separadamente.

Conclusão: Constitui numa análise crítica e resumida do trabalho todo tendo relação estreita com os objetivos propostos. Neste item deve ser verificado se os objetivos específicos foram atingidos, podendo-se ainda fazer proposições que levem a melhores resultados.

Bibliografia – É a lista de livros ou obras de referência e artigos de revistas utilizados na confecção do relatório. No texto, deve haver citação da referência usando-se números entre colchetes para as referências (Exemplo: [1]). As referências bibliográficas devem ser apresentadas segundo as normas da ABNT, como exemplificado abaixo.

a) para citar livros:

1 - KOTZ, J. C., TREICHEL Jr., P. **Química e Reações Químicas**, 4ª ed., Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 2002. p. 250-71. v. I.

b) para citar páginas da internet:

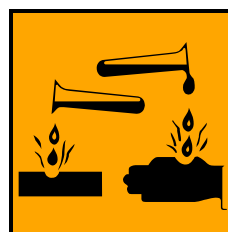
1 - http://www.ufsj.edu.br. Acesso em: 21 jan. 2005.

NÃO ENCADERNE O RELATÓRIO. SIGA A SEQÜÊNCIA DOS ITENS CITADOS ACIMA, SEM DEIXAR FOLHAS OU ESPAÇOS EM BRANCO!

4. Normas de Segurança no Laboratório

A ocorrência de acidentes em laboratórios, infelizmente, não é tão rara como possa parecer. Visando diminuir a ocorrência e a gravidade destes eventos, é absolutamente imprescindível que sejam observadas as normas de segurança, descritas abaixo, durante os trabalhos em laboratório:

1) Siga rigorosamente as instruções específicas do professor.
2) Localize os instrumentos antiincêndio e se familiarize com o seu uso.
3) Certifique-se do funcionamento dos chuveiros de emergência.
4) Nunca fume no laboratório.
5) Use sempre avental apropriado sob pena de não poder assistir a aula prática e sofrer as punições previstas pela ausência em cada disciplina.
6) Nunca deixe frascos abertos ou próximos à chama.
7) Evite contato de qualquer substância com a pele. Seja extremamente cuidadoso ao manusear quaisquer substâncias.
8) Todas as experiências que envolvem liberação de gases ou vapores tóxicos devem ser realizadas na capela (câmara de exaustão).
9) Sempre que proceder à diluição de um ácido ou hidróxido concentrado, adicione-o lentamente, sob agitação, sobre a água, e não o inverso.
10) Ao aquecer um tubo de ensaio contendo qualquer substância, não volte a extremidade aberta do tubo para si ou para outra pessoa próxima.
11) Não jogue nenhum material sólido dentro da pia ou nos ralos.
12) Sempre que possível trabalhe com óculos de proteção.
13) Ao introduzir rolhas em vidrarias, umedeça-a convenientemente e enrole a peça de vidro numa toalha para proteger as mãos.
14) Quando for testar produto químico pelo odor não coloque o frasco sob o nariz. Desloque, com a mão, os vapores que se desprendem do frasco para a sua direção.
15) Dedique especial atenção a qualquer operação que necessite aquecimento prolongado ou que envolva grande quantidade de energia.
16) Ao se retirar do laboratório verifique se não há torneiras (água ou gás) abertas. Desligue todos os aparelhos, deixe todo o equipamento limpo e lave as mãos.

Em um laboratório químico, devemos observar alguns símbolos de advertência para o manuseio de reagentes e a execução de procedimentos. Alguns destes símbolos são comuns em rótulos de reagentes e nas entradas de laboratórios. Assim, é importante saber o significado destes símbolos para que sejam tomados os cuidados necessários. Os principais símbolos são:

ACIDENTES MAIS COMUNS EM LABORATÓRIOS E PRIMEIROS SOCORROS

1) Queimaduras:

a) Queimaduras causadas por calor seco (chamas e objetos aquecidos):

- No caso de queimaduras leves, aplicar vaselina líquida;
- No caso de queimaduras graves, cobri-las com gaze esterilizada umedecida com solução aquosa de bicarbonato de sódio a 5%.
- Procurar um médico imediatamente.

b) Queimaduras por ácidos:

- Lave o local imediatamente com água em abundância, durante cerca de cinco minutos. A seguir, lave com solução saturada de bicarbonato de sódio e novamente com água.

- **Queimaduras por álcalis (bases):**
- Lave, imediatamente, o local atingindo com bastante água durante cinco minutos. Trate com solução de ácido acético a 1% e lave novamente com água .
- ***Ácido nos olhos:***
- Nos laboratórios existem lavadores de olhos acoplados aos chuveiros de emergência. A lavagem deve ser feita por quinze minutos, após a qual se aplica solução de bicarbonato de sódio a 1%.

2) Álcali nos olhos:

- Proceder como no item anterior, substituindo a solução de bicarbonato de sódio por uma de ácido bórico a 1%.

3) Intoxicações por gases:

- Remova a vítima para um ambiente arejado deixando-o descansar.

4) Ingestão de substâncias tóxicas:

- Deve-se administrar uma colher de sopa de "antídoto universal", que é constituído de: duas partes de carvão ativo, uma de óxido de magnésio e uma de ácido tônico (vitamina do complexo B).

Bibliografia de Segurança no laboratório:

PAVIA, D. L., LAMPMAN, G. M., KRIS, G. S. **Organic Laboratory Techniques**, 2nd ed., Phyladelphia: Saunders C. Publishing, 1982. p. 4-13.

NUIR, G. D., ed., **Hazards in the Chemical Laboratory**, 3rd ed., London: The Royal Chemical Society, 1988.

N. BACCAN, L. E. S. BARATA **Manual de segurança para o Laboratório Químico** IQ - UNICAMP, 1982.

F. CIENFUEGOS. **Segurança no laboratório**, Rio de Janeiro: Editora Interciência, 2001.

5. Normas e procedimentos no laboratório

1. O aluno deverá possuir a apostila contendo todos os roteiros das aulas práticas ministradas no corrente período letivo.
2. O aluno não poderá fazer a prática sem a apostila (roteiro) da mesma.
3. É obrigatório o uso do avental, calça comprida e sapato fechado em todas as aulas práticas.
4. É proibido fumar e comer nos laboratórios.
5. É proibido usar qualquer material do laboratório sem autorização do técnico responsável.
6. O laboratório não deverá ser usado como sala de estudo.
7. O aluno é responsável pelo material que será usado nas aulas práticas, portanto, deverá ter o cuidado de não quebrá-lo ou estragá-lo.
8. Usar óculos de segurança quando indicado pelo professor.
9. Secar em estufa apenas o material de vidro necessário.
10. Identificar sempre o material que for colocado em estufa.
11. O material específico recebido para determinado experimento deve ser devolvido limpo e em condições de uso.
12. Providenciar a limpeza do piso ou balcão no caso de queda de material (chamar o técnico, se for necessário).
13. Avisar imediatamente os professores ou técnicos em caso de acidente.
14. Colocar todos os resíduos de reação em frascos apropriados.
15. Usar balança analítica somente quando for estritamente necessário (existem balanças semianalíticas à disposição).
16. Manter o local de trabalho limpo e organizado.
17. É proibida a entrada no laboratório em aulas práticas de outros professores.
18. O aluno não deverá deixar sobre as bancadas, em hora de aulas, materiais como bolsas, paletós, cadernos, livros e outros. Só devem ficar sobre a bancada a apostila da prática, o caderno e a caneta.

6. Bibliografia

KOTZ, J. C., TREICHEL Jr., P. **Química e Reações Químicas**, 4ª ed., Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 2002. v. I e II.

RUSSELL, J. B. **Química Geral**, 2ª ed., São Paulo: Makron Books, 1994. v. I e II.

MAHAN, B. M., MYERS, R. J. **Química – Um curso universitário**, Tradução da 4ª ed. americana, São Paulo: Editora Edgard Blücher, 1995.

ATKINS, P., JONES, L. **Princípios de Química – Questionando a vida moderna e o meio ambiente**, Porto alegre: Bookman, 2001.

J. E. BRADY, G. E. HUMISTON **Química Geral**, 2ª ed., Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 1986

7. Roteiro das aulas práticas

Experimento 01: SEGURANÇA E MATERIAIS DE LABORATÓRIO

INTRODUÇÃO: As atividades de laboratório exigem do aluno não apenas o conhecimento das peças e aparelhos utilizados, mas também o correto emprego de cada um deles.

OBJETIVOS. Identificar as peças e equipamentos comuns de laboratório e conhecer sobre a segurança em um laboratório de química.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL:

1. Identifique na bancada cada um dos materiais abaixo:

Balão de fundo chato. Nele são aquecidos líquidos e realizadas reações com liberação de gases. Para aquecê-lo, use o tripé com a proteção da tela de amianto.
Balão de fundo redondo. Nele são aquecidos líquidos e realizadas reações com liberação de gases.
Balão volumétrico. É usado para preparar soluções com volumes exatos.
Frasco de erlenmeyer, ou simplesmente **erlenmeyer**. Utilizado em titulações, aquecimento de líquidos, dissolução de substâncias e realização de reações. Quando aquecê-lo, empregue o tripé com a proteção da tela de amianto.
Copo de becker, ou apenas **béquer.** Apropriado para reações, dissoluções de substâncias, precipitações e aquecimento de líquidos. Quando aquecê-lo, empregue o tripé com a proteção da tela de amianto.
Funil (a) e **funil analítico** (b). O funil é utilizado para filtração. Para filtrações mais delicadas (geralmente, em análises quantitativas), emprega-se o funil analítico, que tem diâmetro pequeno e haste maior.
Funil de Büchner. Adapta-se ao frasco de kitasato nas filtrações a vácuo.
Funil de decantação. Utilizado na separação de misturas de líquidos imiscíveis.
Tubo de ensaio. Empregado para reações em pequena escala, principalmente testes de reação. Com cuidado, pode ser aquecido diretamente na chama do bico de Bunsen.
Condensador. Dispositivo para liqüefazer vapores. É utilizado na destilação.

Bastão de vidro ou **bagueta.** Haste maciça de vidro com que se agitam misturas.

Proveta ou **cilindro graduado.** Utilizada para transferir volumes de líquido. Não oferece grande precisão e nunca deve ser aquecida.

Pipeta graduada (a) e **pipeta volumétrica** (b). São utilizadas para medir com exatidão e transferir pequenos volumes de líquidos.

Bico de Bunsen ou **Bico de gás**. É a fonte de aquecimento mais empregada em laboratório.

Cadinho. Geralmente é feito de porcelana. Serve para calcinação (aquecimento a seco e muito intenso) de substâncias. Pode ser colocado em contato direto com a chama do bico de Bunsen.

Suporte universal. É empregado em várias operações, para sustentação de peças.

Vareta de vidro. Cilindro oco, feito de vidro de baixo ponto de fusão. Interliga peças como balões, condensadores, erlenmeyer, etc, com rolhas.

Tripé de ferro. Sustentáculo utilizado com a tela de amianto para aquecimento de várias peças.

Tela de amianto. Protege peças submetidas e aquecimento. O amianto distribui uniformemente o calor.

Anel ou **argola.** Preso à haste do suporte universal, sustenta o funil na filtração.

Pinça simples. Espécie de braçadeira para prender certas peças ao suporte universal.

Garra de condensador. Espécie de braçadeira que prende o condensador (ou outras peças, como balões, erlenmeyer etc) à haste do suporte universal.

Juntas de vidro. São usadas para conectar vidrarias sem rolhas.

Estante de tubos de ensaio. Serve para alojar tubos de ensaio.

Pinça de madeira. Utilizada para segurar tubos de ensaio em aquecimento, evitando queimaduras nos dedos.

Cápsula de porcelana. Recipiente para evaporar líquido.

Vidro de relógio. Peça côncava para evaporação em análises de líquidos.

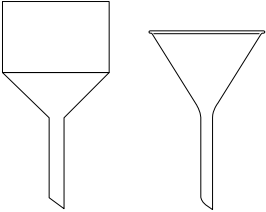
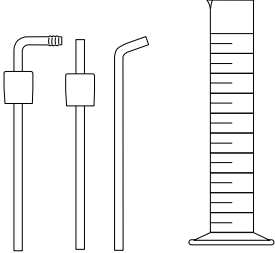
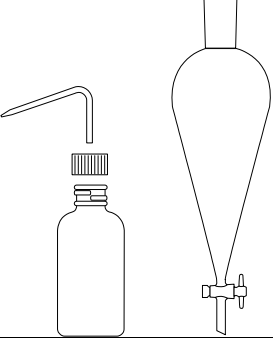
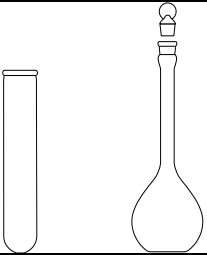
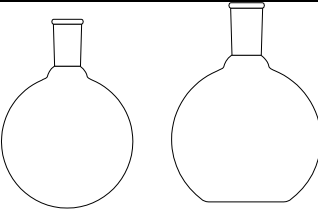
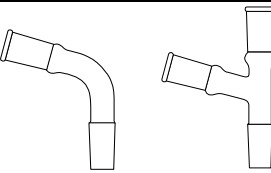
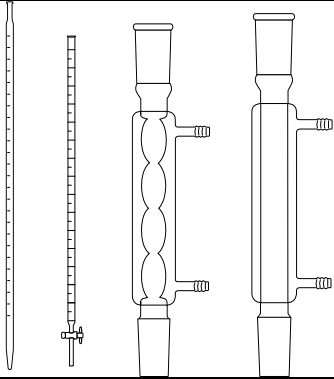
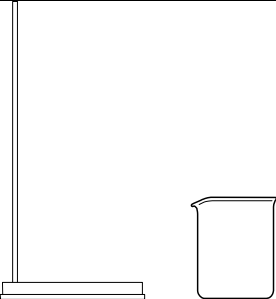
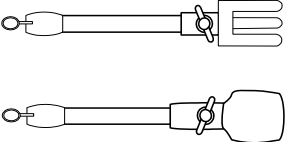
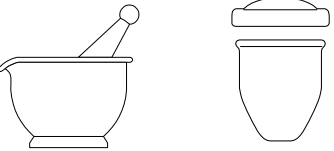
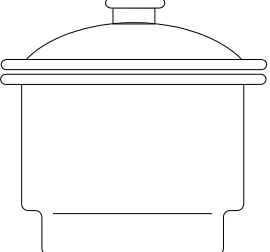
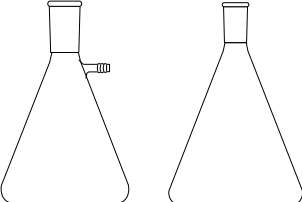
Bureta. Serve para medir volumes, principalmente em análises.

Triângulo de porcelana. Suporte para cadinhos de porcelana colocados em contato direto com a chama do bico de Bunsen.

Almofariz e pistilo. Empregados para triturar e pulverizar sólidos.

Frasco de kitasato. Compõe a aparelhagem das filtrações a vácuo. Sua saída lateral se conecta a uma trompa de vácuo.

Dessecador. Nele se guardam substâncias sólidas para secagem. Sua atmosfera interna deve conter baixo teor de umidade.

Pinça de Mohr (a) e **pinças de Hofmann** (b)**.** Servem para reduzir ou obstruir a passagem de gases ou líquidos em tubos flexíveis.

Pinça metálica ou **tenaz.** Com ela se manipulam objetos aquecidos.

Pisseta. Frasco para lavagem de materiais e recipientes por meio de jatos de água, álcool e outros solventes.

Bomba de vácuo. Equipamento que faz sucção nas filtrações a vácuo. Antigamente usava-se **trompa de vácuo**, que era adaptada a uma torneira.

QUESTIONÁRIO:

1. Identifique a figura dos principais materiais visto nesta aula.

Experimento 02: MEDIDAS DE VOLUMES

INTRODUÇÃO: Em laboratório, o aluno terá sempre de fazer uso de vários tipos de medidas, sendo de grande importância aquelas envolvendo volume e massa. Torna-se necessário, portanto, que ele conheça corretamente as diversas unidades de volume e a correspondência entre essas unidades. Ele deve ser capaz de identificar e caracterizar os recipientes volumétricos. É necessário que esteja ciente dos erros que porventura possam ocorrer, procurando assim evita-los. A eficiência da manipulação dos recipientes volumétricos, bem como de qualquer aparelho ou peça de laboratório, também depende, fundamentalmente, dos procedimentos de limpeza.

Medidas de Volume

A seguir são descritos alguns recipientes volumétricos e a técnica correta de utilização destes recipientes.

Proveta: Recipiente de vidro ou de plástico para medidas aproximadas. As provetas possuem volume total variável, como 5, 10, 25, 50, 100, 250, 500, 1000 e 1000 mL. Deve ser usada na posição vertical e, para aferição, eleve o menisco até a altura dos olhos. Para esvaziar o líquido, entorne-a vagarosamente (pode-se usar um bastão de vidro para um escoamento melhor, evitando respingos), mantendo-a inclinada até o completo escoamento.

Bureta: Destina-se especificamente a titulações. É um tubo cilíndrico, graduado em mL , com uma torneira controladora de vazão na extremidade inferior. Quando graduadas em 0,01 mL, chamam-se “microburetas” e são utilizadas para medir volumes com maior precisão. Há também as buretas automáticas, com dispositivos que conduzem o líquido automaticamente para dentro delas; evita-se, assim, a contaminação do líquido pelo gás carbônico (CO_2) do ar.

Balão volumétrico: trata-se de um recipiente de vidro com o colo longo e fundo chato. Um traço de aferição no gargalo indica sua capacidade volumétrica. Há balões de várias capacidades sendo utilizados para preparo de soluções. Ao trabalhar com um balão volumétrico, mantenha-o sempre na vertical. Para despejar

um líquido dentro dele, use um funil. Essa operação se dá por etapas, homogeneizando (agitando o balão) com freqüência a mistura que está sendo preparada. Para aferição, coloque o balão sobre a bancada e faça a leitura, sempre tomando como referência a parte inferior do menisco. Após isso, tampe e faça total homogeneização com movimentos giratórios lentos.

Pipetas: As pipetas são aparelhos para medidas mais precisas. Existem dois tipos de pipeta: as não-graduadas (volumétricas) e as graduadas. A volumétrica tem apenas um traço de aferição na parte superior para indicar sua capacidade. Já a graduada possui uma escala que nos permite obter variadas medidas de volume. A pipetagem de uma solução deve ser executada de modo metódico e cuidadoso. Os passos principais são:

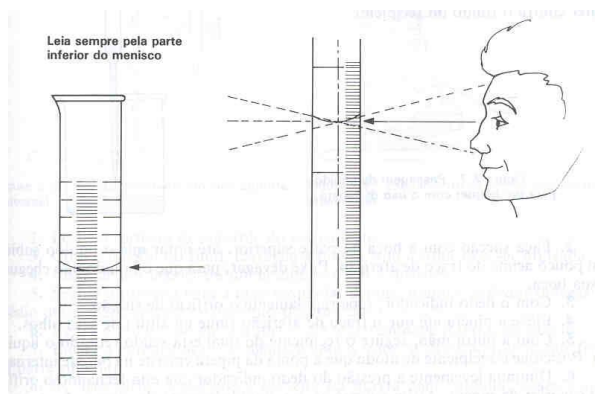
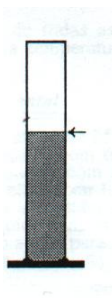
1. Segure a pipeta pela extremidade superior (use o polegar, o indicador e o dedo médio).
2. Mergulhe a extremidade inferior da pipeta no líquido a ser retirado, tomando o cuidado de não deixa-la bater contra o fundo do recipiente.
3. Passagem de líquido para um béquer com o uso da pipeta.
4. Faça sucção com o pipetador na parte superior, até notar que o líquido subiu um pouco acima do traço de aferição. Puxe devagar, para que o líquido não chegue à boca do pipetador.
5. Eleve a pipeta até que o traço de aferição fique na altura de seus olhos.
6. Com a outra mão, segure o recipiente do qual está sendo retirado o líquido. Posicione o recipiente de modo que a ponta da pipeta encoste na parede interna.
7. Ao conseguir aferição, torne a fechar o orifício com o dedo indicador.
8. Enxugue a superfície exterior da pipeta com papel poroso
9. Leve a pipeta até o recipiente de destino encoste a ponta na parede interna e deixe o líquido escorrer.
10. Após a vazão total do líquido, toque a parede interna do recipiente com a extremidade inferior da pipeta para escoar a última gota. Nunca sopre esse tipo de pipeta para esgotar o restinho de líquido que sempre sobrará dentro dela.
11. Nas pipetas de escoamento total (aquelas cuja graduação vai até a ponta), sopre até esgotar-se o último mililitro. Somente esse tipo de pipeta deve ser soprado para que todo o líquido escoe.

Pipetador de borracha: No passado, a operação de pipetagem envolvia o enchimento da pipeta por sucção com a boca. Esse procedimento, entretanto, não é mais recomendado porque é perigoso e anti-higênico, podendo causar (como causou no passado) acidentes graves, como intoxicações ou queimaduras por soluções ácidas ou básicas. Existem diversas formas de se evitar o uso da boca durante a operação de pipetagem. Todavia, a mais prática e versátil é a utilização de um pipetador de borracha (vide figura abaixo), que nada mais é que um bulbo de borracha no qual se pode fazer vácuo. Esse aparelho tem três válvulas para passagem de ar. A, S e E. A válvula A, ao ser pressionada, abre-se, permitindo retirar o ar do bulbo, isto é, fazer vácuo; uma vez evacuado o bulbo, ao se pressionar a válvula S, consegue-se succionar para dentro da pipeta o volume desejado de líquido. Finalmente, esse volume de líquido pode ser transferido, isto é, a pipeta pode ser esvaziada, pressionando-se a válvula E.

PARA SUA SEGURANÇA E PROTEÇÃO, SEMPRE UTILIZE UM PIPETADOR DE BORRACHA PARA REALIZAR PIPETAGEM DE QUALQUER TIPO DE LÍQUIDO.

Dentre os erros mais comuns nas medidas volumétricas, destacam-se:
- Leitura da graduação volumétrica obtida pela parte superior do menisco.
- Medição de volume de soluções quentes
- Uso de instrumento inadequado para medir volumes
- Uso de instrumento molhado ou sujo
- Formação de bolhas nos recipientes
- Controle indevido da velocidade de escoamento

De um modo geral, para medidas aproximadas de volumes líquidos, usam-se cilindros graduados ou provetas, enquanto, para medidas precisas, usam-se pipetas, buretas e balões volumétricos, que constituem o chamado material volumétrico. Aparelhos volumétricos são calibrados pelo fabricante e a temperatura padrão de calibração é de 20^o C.

A medida do volume do líquido é feita comparando-se o nível do mesmo com os traços marcados na parede do recipiente. A leitura do nível para líquidos transparentes deve ser feita na parte inferior do menisco, estando a linha de visão H do operador perpendicular à escala graduada, para evitar erro de paralaxe.

Com líquidos escuros a leitura é feita na parte superior do menisco.

OBJETIVOS: Familiarizar-se com medidas de volume.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

a) Medidas de Volume

1. Medir 20 mL de água em uma bureta e transferir para um béquer de 50 mL.
2. Medir 20 mL de água usando uma pipeta volumétrica e transferir para um béquer de 50 mL.
3. Meça 25 mL em um béquer e transfira para uma proveta.
4. Explique em cada caso a que se devem as diferenças observadas nos volumes medidos.

Experimento 03: TRATAMENTO PRIMÁRIO DA ÁGUA DESTINADA AO ABASTECIMENTO PÚBLICO

1 - INTRODUÇÃO

A água é, incontestavelmente, uma das substâncias mais utilizadas pelo ser humano para sua sobrevivência e saúde. Também é um dos insumos básicos nas indústrias de um modo geral e agricultura. No decorrer dos últimos anos, houve um grande aumento no consumo de água em todo o mundo. As águas superficiais (rios e lagos) são as fontes naturais de captação mais utilizadas, e normalmente, contém impurezas que as tornam inadequadas para o consumo, sem o tratamento prévio. Da mesma forma, quando depois de utilizada, esta água for devolvida à fonte de origem, há necessidade de um novo tratamento para se evitar a poluição dos rios e lagos, prejudicando a flora, ameaçando assim o meio ambiente. Por estes motivos são necessários dois tipos de tratamento de água distintos:

a) Na fase afluente, quando é feita a captação;
b) Na fase efluente, quando é devolvida depois de utilizada nos processos industriais. No entanto, para os dois tipos de tratamento, acima citados, são utilizadas quatro etapas seqüenciais, denominadas em conjunto de tratamento primário ou clarificação. Mesmo que, estas etapas sejam indispensáveis no processo de purificação da água, não significa, contudo, que esta possa ser utilizada para beber, pois a mesma pode ainda apresentar impurezas que prejudicam a saúde. Após o processo de clarificação, a água é submetida a um tratamento secundário, para a desinfecção ou ainda, eliminação de algum tipo de impureza que seja identificada através de análises laboratoriais.

Os processos de purificação da água são descritos resumidamente a seguir:

a) Aeração: Troca de gases entre a água e o ar. O objetivo principal é a remoção de gases dissolvidos (H_2S), compostos orgânicos voláteis e remover bactérias que oxidam facilmente.

b) Coagulação: Transforma por adição de um agente coagulante, as impurezas que se encontram em suspensões finas, em estado coloidal e algumas mesmo em suspensão em partículas que sejam removidas por sedimentação ou filtração.

c) Floculação: Aglomeração de material coloidal e em suspensão, após a coagulação por agitação lenta.

d) Sedimentação ou Decantação: É o processo pelo qual se verifica a disposição de materiais em suspensão, pela ação da gravidade.

e) Filtração: A filtração da água consiste em fazê-la passar através de substâncias porosas, capaz de reter ou remover algumas de suas impurezas. O material geralmente empregado é a areia.

f) Desinfecção ou Esterilização: consiste na eliminação dos germes patogênicos da água, mas particularmente as bactérias, tornando-as aptas ao consumo humano.

A clarificação é o meio mais eficaz e de maior aplicação nas estações de tratamento de água. Neste experimento você submeterá uma amostra de água suja por alguns processos químicos e físicos, simulando um tratamento de água, onde você deverá identificar alguns métodos de separação de mistura.

2 - OBJETIVOS

Reconhecer a presença da Química no tratamento de água para abastecimento público.

Realizar algumas etapas do tratamento primário de águas afluentes e relacioná-los com os processos de separação de misturas.

3 – PARTE EXPERIMENTAL

3.1 - Materiais e Soluções

papel indicador de pH 0-14 (ou papel tornassol vermelho)
2 béqueres de 250 mL;

1 pipeta graduada de 5 mL;

2 pipetas graduadas de 10 mL;

bastão de vidro.

1 garrafa de refrigerante transparente (PET), com o fundo removido;

1 erlenmeyer de 250 mL;

1 suporte de ferro e 1 aro;

cascalho ou brita, areia grossa e areia fina

água barrenta

sulfato de alumínio a 1%

solução de hidróxido de sódio

3.2 - Procedimento

Medir 150 mL da água “suja” em um béquer de 250 mL e transferir a água, com auxílio de um funil para a garrafa de 2 L previamente limpa.

Tampá-la e agitá-la vigorosamente por 1 minuto, retirar a tampa e transferir novamente para o béquer.

Repetir este procedimento por dez vezes, observar o que ocorre.

Verificar se esta solução está ácida ou básica, mergulhando uma fita de papel tornassol vermelho. Anotar a cor da fita de papel.

Se a fita continuar vermelha, adicionar solução de NaOH com um conta-gotas até que a fita se torne azul (para este volume de água aproximadamente 10 gotas).

O pH da água deve estar em torno de 12, para verificar o valor do pH, mergulhar uma fita de papel indicador universal na solução e compare com a escala de 0 a 14, contida na caixa. Caso no pH não seja igual a 12, adicionar mais gotas de NaOH.

Com uma pipeta graduada acrescentar 50 ml de solução de sulfato de alumínio 1% (agitar antes de usar a solução), com agitação constante da mistura por 10 minutos. Observar o tempo de formação de flocos e anotar.

Deixar em repouso a mistura por 20 minutos. Enquanto você aguarda, proceda a montagem do filtro de areia; da seguinte maneira:

a) Colocar a garrafa PET com o fundo removido no aro preso ao suporte;

b) Montar o filtro na garrafa adicionando na seqüência: a) uma camada de cascalho, os maiores primeiro e em seguida os menores; b) sobre estes a areia grossa e por último a areia fina (todos previamente lavados); colocar embaixo do funil um recipiente limpo para coletar a água filtrada;

c) Cuidadosamente, molhar todo o filtro com água limpa (torneira). Isto deve ser feito para acomodar os componentes do filtro e prepará-lo para a operação de filtragem;

d) Jogar fora a água do recipiente utilizado, recolocá-lo limpo sob o filtro;

e) Após o término do tempo de decantação, transferir cuidadosamente o líquido sobrenadante para outro béquer com auxílio do bastão de vidro, (em caso de dúvidas peça auxílio ao professor),

f) Determinar novamente o pH desta solução e anotar o resultado;

g) A seguir, filtrar a água com cuidado para não remover a areia e recolher o filtrado em um outro recipiente limpo.

h) Observar e comparar o aspecto da água obtida após o tratamento que você executou com a amostra de água suja. Anotar suas observações na tabela 1.

4 – RESULTADOS E DISCUSSÕES

Anotar suas observações e os resultados obtidos durante o experimento, na tabela a seguir.

Tabela 1 – Tabela dos resultados obtidos no tratamento da água

OBSERVAÇÕES ANTES DO TRATAMENTO DA ÁGUA		
COR	**TURBIDEZ**	**CHEIRO**
pH inicial		
OBSERVAÇÕES APÓS O TRATAMENTO DA ÁGUA		
COR	**TURBIDEZ**	**CHEIRO**
pH final		

Considerando o experimento que acabou de realizar, responda as questões abaixo:

1) O procedimento de agitar por dez vezes a água a ser tratada dentro da garrafa PET corresponde a qual processo do tratamento primário de água e qual a sua finalidade?

2) Quais os processos de separação de misturas foram utilizados durante o experimento?

3) As misturas podem ser classificadas como homogêneas ou heterogêneas, em qual das etapas você observou mistura(s) homogênea(s) e mistura(s) heterogênea(s)?

4) Que tipo de mistura poderia ser associada aos sólidos suspensos e a água?

5) Observando a tabela dos resultados, você verificou algumas diferenças nas características da amostra antes e depois do tratamento, o pH foi uma delas. Na etapa de floculação foi necessária a adição de hidróxido de sódio para tornar o meio básico (pH = 12) antes da adição do agente coagulante (sulfato de alumínio). Escreva a reação balanceada que ocorreu entre o sulfato de alumínio e o hidróxido de sódio:

Baseada nesta reação explique porque após a precipitação dos flocos o pH da solução diminuiu.

6) Durante o experimento você observou que o papel tornassol vermelho tem a sua cor alterada em contato com a mistura na qual foi adicionada a solução de hidróxido de sódio. Será que há outras substâncias que também modificariam a cor do papel tornassol vermelho?

Cite alguns materiais que você imagina terem a capacidade de mudar a cor do papel tornassol de vermelho para azul.

E aqueles que são capazes de mudar a cor do tornassol do azul para vermelho.

7) Os materiais que, ao interagirem com a água, fazem com que ela se torne ácida são denominados ácidos. Considerando esta informação e as suas respostas às questões anteriores, defina o que é um ácido.

8) Além dos ácidos, há materiais que são classificados como neutros ou como básicos, usando-se como critério de classificação as propriedades que esses materiais conferem (ou não) à água após interagirem com ela. Defina material neutro e material básico.

Ao realizar este experimento você pôde fazer muitas observações sobre os processos de tratamento de água, conseguiu identificar vários processos de separação de misturas e verificou que para melhorar a aparência da água são necessários além de processos físicos, alguns processos químicos.

5 - BIBLIOGRAFIA

1) GONÇALVES, Josely. **Proposta de roteiro experimental para o ensino médio: Tratamento primário de água destinada ao abastecimento público**. Curitiba, 1999. 37f. Monografia apresentada ao Curso de Especialização em Ensino de Química Experimental para o 2o. Grau, Setor de Ciências Exatas, Departamento de Química, Universidade Federal do Paraná.

2) GEPEQ – Grupo de Pesquisa em Educação Química/USP – **Interações e Transformações Vol. I e III** , Manual do aluno e do professor, Editora da USP, 1998.

3) CAROLE, S. **A Ciência das Mudanças Globais – ACS**: Integrando a Química do Ambiente na Terra nos Currículos de Escolas Secundárias – Cap. 25, 1992.

4) GOVERNO DO ESTADO DE SÃO PAULO – SECRETARIA DOS SERVIÇOS E OBRAS PÚBLICA. **Operação e Manutenção de E.T.A - CETESB.** V. 1 e V. 2. São Paulo, 1973.

5) UFSC. **Artigos sobre a Água**. Disponível em: < http://www.qmc.ufsc.br/qmcweb/artigosagua.htm >

Experimento 04: ADULTERAÇÃO DE COMBUSTÍVEIS

1 – INTRODUÇÃO

Atualmente, o número de veículos circulando pelas ruas das nossas cidades aumentou consideravelmente, a ponto de estimar-se uma média de dois a três carros por família em capitais como a grande São Paulo.

Com esse crescimento acelerado de veículos automotores, aumenta também a nossa preocupação com o meio ambiente e o ar que respiramos, pois, como sabemos, todos os veículos automotores utilizam combustível para se movimentar.
A queima desses combustíveis libera gases tóxicos que compromete a qualidade do ar e também podem causar as chamadas chuvas ácidas. Esses são apenas alguns dos agravantes.

Existem vários tipos de combustível, mas o mais consumido até os dias de hoje é a gasolina. A gasolina é utilizada em veículos movidos por motores a combustão interna.

A gasolina é uma mistura complexa de hidrocarbonetos variando de quatro a doze átomos de carbono e tendo pontos de ebulição entre 30ºC e 225ºC. Tanto a gasolina como o diesel são formados por uma mistura de mais de 200 tipos de hidrocarbonetos e outros componentes em menores quantidades. Portanto, a gasolina e o diesel não têm uma fórmula definida, ela varia de acordo com o petróleo e o processo de refino.

Na combustão espontânea a gasolina queima antes de atingir as condições de pressão ideais, provocando ondas de choque que se traduz em uma contrapressão sobre a cabeça do pistão, o qual é comandado pelo eixo de manivelas, resultando num fenômeno conhecido como batida de pinos.

No motor à combustão a detonação ou batida de pino é uma combustão não controlada, que se inicia pelo aumento da temperatura na câmara de combustão, devido à alta compressão da mistura ar/gasolina. Quando essa combustão não controlada encontra a combustão normal, iniciada pela centelha da vela de ignição, provoca um ruído metálico característico que é a chamada "batida de pino".
Isto deve ser evitado porque diminui o rendimento do motor, aumenta a temperatura e multiplica os esforços anormais sobre os componentes do motor.

A qualidade antidetonante da gasolina é a capacidade do produto em resistir à detonação, medida através do índice de octana. Este índice compara o comportamento de um combustível com o iso-octano e n-heptano, considerados como padrões de boa e má qualidade para motores automotivos, respectivamente. Portanto, a octanagem é a medida da capacidade da gasolina de resisitir à detonação que leva à perda de potência e pode causar sérios danos ao motor. Assim, quanto maior a octanagem da gasolina, maior a sua resistência a elevadas pressões e temperaturas, possibilitando uma maior taxa de compressão do motor e, conseqüentemente, um melhor rendimento.

Então, por gasolina automotiva entende-se um derivado de petróleo formado por uma mistura complexa de hidrocarbonetos parafínicos, naftênicos, olefínicos e aromáticos, cuja faixa de destilação varia de 30ºC a 220ºC.

A Gasolina Tipo C é o tipo mais comum, por esse motivo é conhecida popularmente como Gasolina Comum, é formada por uma mistura de 75% da gasolina que vem da Refinaria ou Central Petroquímica e 25% de álcool anidro. Apresenta cor amarela alaranjada tendo uma octanagem mínima entre 73 e 82.

Toda gasolina comercializada no Brasil possui álcool anidro. O teor, hoje de 25%, pode variar, por Lei de 20 a 25%, com a respectiva variação de um ponto percentual.

Existe também a gasolina popularmente conhecida como gasolina Premium que é um combustível desenvolvido pela Petrobrás, com octanagem mais elevada e com menor teor de enxofre do que as gasolinas comuns, até então, comercializadas no Brasil. Para termos uma idéia, a gasolina Premium apresenta uma octanagem de 91 (mínimo), determinada pelo Índice Antidetonante. No Brasil, esta gasolina é comercializada com a cor amarela palha.

A gasolina aditivada é a gasolina comum contendo aditivos detergentes/dispersantes, cujo objetivo é manter limpo (isento de depósitos) todo o sistema de combustível dos veículos.

Os veículos que nunca utilizaram combustível aditivado podem apresentar rápida impregnação do filtro de combustível devido ao acúmulo de resíduos existente no tanque de combustível. A gasolina aditivada apresenta uma octanagem em torno de 86 a 87, medida pelo mesmo índice da gasolina Prêmium e, no Brasil, é comercializada com a cor amarela esverdeada.

A qualidade de um produto pode ser definida em termos de “adequabilidade para determinada aplicação”, o controle de qualidade é feito por intermédio de análises e ensaios aproximados. Estes ensaios devem ser relativamente simples e ter boa precisão e reprodutibilidade.

Geralmente o usuário ou consumidor julga a qualidade de um produto pelo seu desempenho em função do custo.

Para garantir a qualidade do produto, um desempenho satisfatório na aplicação a que se destina e a uniformidade de fabricação são estabelecidas as especificações.

A especificação brasileira para a gasolina automotiva é estabelecida pelo Conselho Nacional do Petróleo NORMA–CNP 01/REV. 2 que acompanha a resolução de nº 1/75 de 7 de janeiro de 1975.

Os testes de qualidade devem ser realizados nos próprios postos de abastecimento e pelos laboratórios da rede de distribuição do combustível. Alguns dos testes realizados são: cor, densidade, resíduo, odor e teor alcoólico.

Neste experimento, para ilustrar o papel da química no controle de qualidade de combustíveis, será realizado um experimento simples para determinação do teor de álcool em alguns tipos de gasolina, verificando se as mesmas estão dentro das especificações recomendadas pelos órgãos fiscalizadores.

2 - OBJETIVOS

Reconhecer a presença da Química no controle de qualidade de combustíveis. Determinar o teor de álcool em algumas amostras de gasolina e verificar se as mesmas estão dentro das normas técnicas e em perfeitas condições de uso.

3 - PARTE EXPERIMENTAL

3.1 - Materiais necessários

Duas provetas de 100 mL com boca esmerilhada.

Um béquer de 100 mL

Solução de NaCl 10% (m/v)

Um bastão de vidro

Um frasco lavador contendo água destilada

Um balão de fundo chato de 250 mL
Amostras de gasolina comum, aditivada e Premium

3.1.1 - Preparação da solução de NaCl 10% (m/v):

Pesar em uma balança 25 gramas de cloreto de sódio. Transferir o sal para um béquer de 100ml e adicionar cerca de 50 mL de água destilada. Após a dissolução completa do sal, transferir a solução do béquer para o balão e completar seu volume para 250 mL.

3.2 – Procedimento Experimental

Em uma proveta de 100 mL, previamente seca, colocar 50 mL da amostra a ser analisada.

Adicionar à mesma proveta 50 mL de solução de NaCl 10% m/v e agitar no mínimo 3 vezes, em seguida deixar em repouso por alguns minutos.

Anotar o aumento de volume da camada aquosa em mL (A), conforme mostrado na Figura 1.

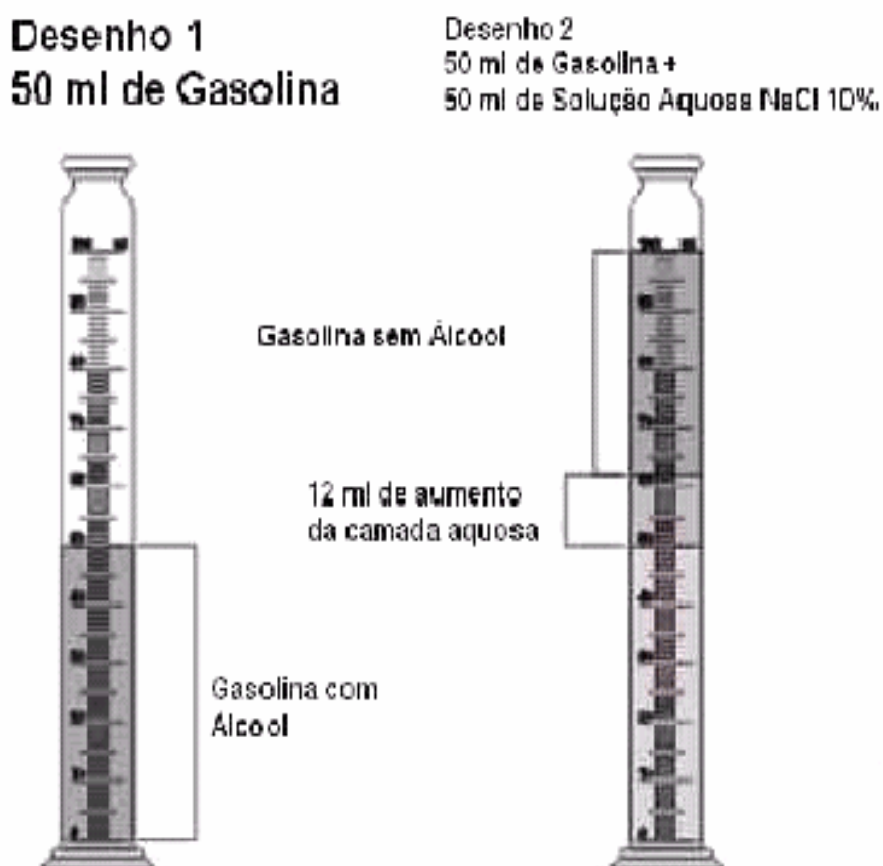



Figura 1 – Análise do teor de álcool na gasolina

Repetir o procedimento para todas as amostras de gasolina, sempre partindo da proveta limpa e seca.

Para obter o resultado da % de álcool na gasolina, fazer o seguinte cálculo:

50 mL de gasolina → aumento do volume da solução aquosa
100 mL de gasolina → volume de etanol/100 mL de gasolina

Anotar os resultados obtidos no ensaio para as amostras de gasolinas analisadas.

Tabela 1 – Resultado do teor de álcool nas amostras de gasolina analisadas

COMBUSTÍVEL / ENSAIO	Gasolina comum 1	Gasolina comum 2	Gasolina aditivada	Gasolina Premium
Álcool etílico anidro (mL/100mL)				

Após a realização do experimento, descartar os resíduos conforme instruções do professor, lavar todo material e arrumar a sua bancada. Lavar as mãos com água e sabão.

4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO

O método utilizado para determinação do teor de álcool na gasolina é baseado na diferença de solubilidade do álcool na gasolina (mistura de hidrocarbonetos) e na solução aquosa de NaCl (substância polar).

Escreva as fórmulas estruturais do álcool (etanol), da gasolina (represente como um hidrocarboneto contendo 08 carbonos) e da água:

Etanol Gasolina Água

O etanol é solúvel tanto em água como em gasolina (mistura de hidrocarbonetos), pois parte da sua molécula é polar e parte é apolar.

Identifique na estrutura química do etanol a parte polar e a parte apolar. Em função desta natureza da molécula de etanol, ele pode formar ligações de hidrogênio com a água e também ligações do tipo dipolo-dipolo induzido com as moléculas dos hidrocarbonetos presentes na gasolina.

Para aumentar a solubilidade do álcool em água utilizou-se uma solução de NaCl 10% m/v, pois sendo este sal um composto iônico a sua solução é mais polar do que a água pura (contém íons), desta maneira consegue-se extrair com mais eficiência o álcool da camada orgânica, gasolina (apolar).

Os teores de álcool obtido para todas as amostras analisadas estão dentro das especificações recomendadas pela Agência Nacional do Petróleo?

5 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1) VIDAL, Odilon. **A gasolina, sua Composição e seus efeitos – Relato de uma Experiência no Ensino Médio**. Curitiba, 1999. 69f. Monografia (Especialização em Ensino de Química Experimental para o Segundo Grau) – Setor de Ciências Exatas, Universidade Federal do Paraná.

2) Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Determinação da Massa Específica e do Teor Alcoólico do Álcool Etílico e suas Misturas com Água.** Rio de Janeiro. ABNT, NBR – 5992. Jul. /1966.

3) IBP. **Curso de Informação sobre Combustíveis e Combustão.** 10ª Edição. Rio de Janeiro. Instituto Brasileiro do Petróleo.

4) CASSARET AND DOULL. **Toxicology The Basic Science of Poisons; Pergamon Press,** 4th Edition, Kansas City, Kansas – USA.

Experimento 05: Preparação e Propriedades dos Sabões

I. MATERIAIS E REAGENTES:

- Bico de Bunsen
- Tripé de ferro
- Bastão de vidro
- Béquer de 100 e 250 mL
- Buretas de 25 mL (2)
- Condensador de refluxo
- Adaptador de borracha
- Tubo de ensaio (05)
- NaOH (pastilhas)
- Chapa aquecedora
- Sol. de $CaCl_2$ 0,1 M
- Sol. de HCl 3 M
- Sol. de $MgSO_4$ 0,1 M

Erlenmeyer de 250 mL
- Sol.alcóolica de fenoftaleína à 1%
- Ácido clorídrico (HCl) à 0,5 N
- Gordura ou óleo
- Tela de amianto
- Sol. alcóolica de KOH à 4%

II. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL:

Preparação do Sabão de Sódio:

1. Pesar 1,5 g de NaOH. dissolver num tubo de ensaio, em 2 mL de água.
2. Pesar 5 g de óleo, em um béquer de 100 mL
3. Aquecer brandamente o óleo.
4. Juntar ao óleo, em pequenas porções, a solução de NaOH, sempre agitando com bastão de vidro e esperando que termine a reação de cada porção para juntar uma nova. *CUIDADO PODE ESPIRRAR*.
5. Após ter juntado toda solução de NaOH, continuar o aquecimento por mais 5 minutos.
6. Desligar o bico de Bunsen. Deixar o sabão formado e retirá-lo do béquer.
7. Lavar as mãos com um pedaço do sabão obtido.

Propriedade dos Sabões:

1. Colocar aproximadamente 2 g do sabão obtido em um béquer de 250 mL. Juntar 100 mL de água. Aquecer até a ebulição. Deixar esfriar a mistura.

O sabão de sódio foi solúvel em água?

2. Colocar 5 mL de solução aquosa de sabão em um tubo de ensaio, juntar 1 mL de HCl a 3 M. Agitar e observar.

2. Colocar 5 mL da solução de sabão em um tubo de ensaio. Juntar 1 mL de solução de $MgSO_4$ a 0,1M. registrar suas observações.

Houve formação de algum precipitado?

4. Colocar 5 mL da solução aquosa de sabão em um tubo de ensaio, juntar 1 mL de solução de $CaCl_2$ a 0,1 M. Agitar e registrar suas observações.

   Baseado nos resultados obtidos formular as reações químicas que ocorrem

Índice de Saponificação:

1) Pesar em um erlenmeyer 2 g de óleo, adicionar com o auxilio de uma bureta, 20 mL de solução alcoolica de hidróxido de potássio a 4%. Adaptar o erlenmeyer a um condensador de refluxo. Aquecer à ebulição branda em placa aquecedora durante 30 minutos. Resfriar um pouco. Adicionar 2 gotas de indicador fenolftaleína. Titular com HCl 0,5 N até desaparecer a coloração rósea.
2) Fazer uma prova em branco colocando todos os reativos com exceção da amostra.

A diferença entre os números de mL de HCl gastos nas duas titulações é equivalente a quantidade de KOH gasto na saponificação.

Cálculo do índice da saponificação de Kosttstorfer (IS):

$$IS = \frac{V.F.28}{P}$$

V = diferença de mL de HCl 0,5 N gasto nas duas titulações

F = fator do HCl 0,5 N

P = número de grama da amostra

III - QUESTIONÁRIO

1. Que componentes químicos estão presentes nos óleos e gorduras?
2. O que são os triglicerídeos?
3. Pesquisar a estrutura dos ácidos oléico e esteárico e montar a estrutura da trioleina e da triestearina.
4. Como é definido o índice de saponificação? Qual é a relação entre o índice de saponificação e a massa molecular média dos ácidos graxos que compõem o triglicerídeo?

5. Pesquisar a composição dos ácidos graxos que compõem os triglicerídeos do óleo de coco e do óleo de soja e relacionar com os seus respectivos índices de saponificação.
6. Qual a equação geral da saponificação de um triéster de ácido graxo com NaOH?
7. Quando um éster sofre hidrólise em meio ácido quais os compostos orgânicos (funções) que se formam?
8. Por que a água dura é imprópria para a lavagem de roupas?
9. Qual a diferença entre sabão e detergente?
10. O que é índice de saponificação? Qual é a relação entre o índice de saponificação e a massa molecular média dos ácidos graxos que compõem o triglicerídeo?
11. .Como se dá a ação de limpeza do sabão?
12. Que é um detergente biodegradável?

IV. BIBLIOGRAFIA

1. MELO, R. *Como fazer sabões e artigos de toucador*. São Paulo: Icone, 1985.
2. SOLOMONS, T.W.G. *Química orgânica*. Rio de Janeiro, LTC, 1983. V.3.
3. VOGEL, A. I. *Química orgânica:* análise orgânica qualitativa, 2. ed. Rio de Janeiro, Ao Livro Técnico S.A., 1980. v.2.
4. HART, H.; SCHBETZ, R.D. *Química orgânica*. Rio de Janeiro, Editora Campus Ltda, 1983.
5. MORETTO, E. FATT, R. Tecnologia de óleos e gorduras vegetais na indústria de alimentos. São Paulo, Livraria Varela, 1998.

Experimento 06: DESTILAÇÃO

OBJETIVO

Introduzir os conceitos básicos de destilação, bem como seus usos.

FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Destilação é uma técnica geralmente usada para remover um solvente, purificar um líquido ou para separar os componentes de uma mistura de líquidos, ou ainda separar líquidos de sólidos.

Na destilação, a mistura a ser destilada é colocada no balão de destilação (balão de fundo redondo) e aquecida, fazendo com que o líquido de menor ponto de ebulição seja vaporizado e então condensado, retornando à líquido (chamado de destilado ou condensado) e coletado em um frasco separado. Numa situação ideal, o componente de menor ponto de ebulição é coletado em um recipiente, e outros componentes de pontos de ebulição maiores permanecem no balão original de destilação como resíduo.

O ponto de ebulição de um líquido pode ser definido como a temperatura na qual sua pressão de vapor é igual a pressão externa, exercida em qualquer ponto, sobre sua superfície. O líquido entra em ebulição e “ferve”, ou seja, é vaporizado por bolhas formadas no seio do líquido.

Com líquidos de pontos de ebulição muito próximos, o destilado será uma mistura destes líquidos com composição e ponto de ebulição variáveis, contendo um excesso do componente mais volátil (menor ponto de ebulição) no final da separação.

Para evitar a ebulição tumultuosa de um líquido durante a destilação sob pressão atmosférica, adiciona-se alguns fragmentos de “porcelana porosa”. Estes liberam pequenas quantidades de ar e promovem uma ebulição mais regular.

Os tipos mais comuns de destilação são: destilação simples, destilação fracionada, destilação à vácuo e destilação a vapor.

A destilação simples é uma técnica usada na separação de um líquido volátil de uma substância não volátil. Não é uma forma muito eficiente para separar líquidos com diferença de pontos de ebulição próximos. A Figura 1 mostra um esquema de um equipamento para destilação simples. Um termômetro é usado para se conhecer a temperatura do que está sendo destilado. O condensador consiste de

um tubo, envolvido por uma capa de vidro oca contendo água fria. Para se evitar o aquecimento da água que envolve o tubo, esta é trocada continuamente, através de uma abertura ligada à torneira e outra ligada à pia.

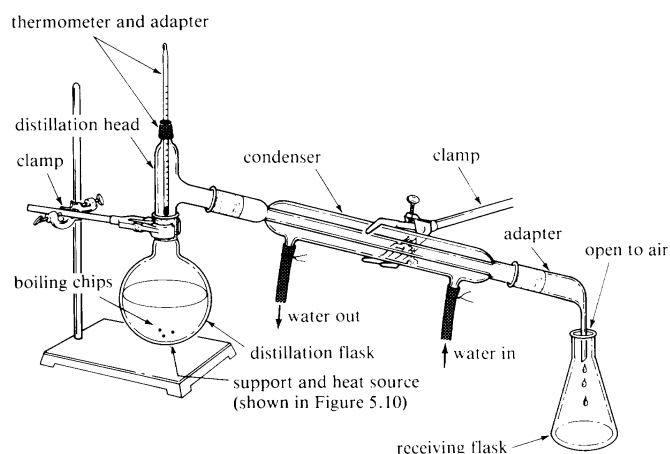



Figure 5.1 The apparatus for a simple distillation.

Figura 1: Esquema de um equipamento para destilação simples.

A destilação fracionada é usada para a separação de dois ou mais líquidos de diferentes pontos de ebulição. A Figura 2 mostra o esquema para uma destilação fracionada, o qual contém uma coluna de fracionamento, que consiste essencialmente de um longo tubo vertical através do qual o vapor sobe e é parcialmente condensado. O condensado escoa pela coluna e retorna ao balão. Dentro da coluna, o líquido, que volta, entra em contato direto com o vapor ascendente e ocorre um intercâmbio de calor, pelo qual o vapor é enriquecido com o componente mais volátil. Então, na prática, é comum empregar uma coluna de fracionamento para reduzir o número de destilações necessárias para uma separação razoavelmente completa dos dois líquidos. Uma coluna de fracionamento é projetada para fornecer uma série contínua de condensações parciais de vapor e vaporizações parciais do condensado e seu efeito é realmente similar a um certo número de destilações separadas.

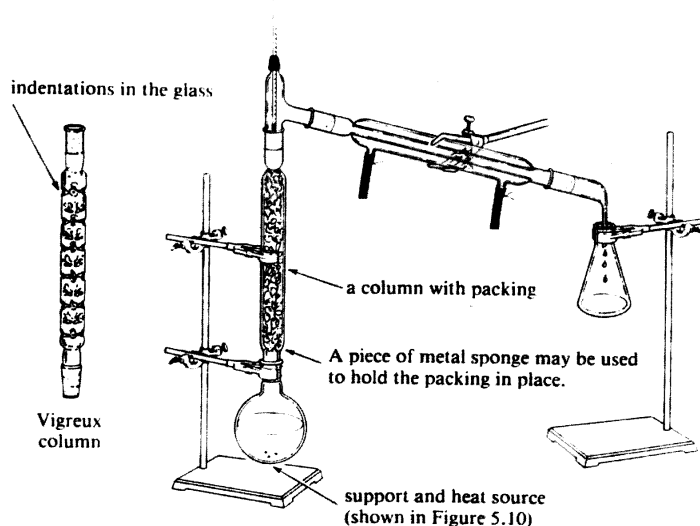



Figura 2: Esquema de um equipamento para destilação fracionada.

Uma boa separação dos componentes de uma mistura através da destilação fracionada requer uma baixa velocidade de destilação, mantendo-se assim uma alta razão de refluxo.

O tratamento teórico da destilação fracionada requer um conhecimento da relação entre os pontos de ebulição das misturas das substâncias e sua composição. Se estas curvas forem conhecidas, será possível prever se a separação será difícil ou não, ou mesmo se será possível.

METODOLOGIA

No experimento de hoje os componentes de uma mistura equimolar de cicloexano (P.E. = 81^{o}C) e tolueno (P.E. = 111^{o}C) serão separados por destilação fracionada. Serão verificados a composição e o grau de separação dos componentes desta mistura cicloexano/tolueno. Será também analisada a eficiência da coluna de fracionamento usada, através do cálculo de HEPT (altura equivalente por prato teórico).

A composição da mistura de cicloexano e tolueno dos destilados coletados será determinada, através de medidas do índice de refração com posterior extrapolação destas medidas para uma curva de calibração (fração molar de cicloexano X índice de refração da mistura). Cada equipe receberá uma mistura de composição diferente.

Um gráfico de ponto de ebulição em função da composição da mistura indicará o grau de separação dos componentes desta mistura. Uma boa separação corresponde a um gráfico com pontos de ebulição baixos na primeira parte e altos no final, indicando cicloexano e tolueno como componentes principais no início e fim da destilação, respectivamente.

A eficiência da coluna de fracionamento será verificada através do cálculo do número de pratos teóricos, *n*. Este será calculado, usando a equação de Fenske abaixo, a qual compara a composição do líquido no balão com a composição do vapor que é condensado inicialmente no topo da coluna, e coletado através do condensador.

$$n = \{\log(V_{CH}/V_{TL}) - \log(L_{TL}/L_{CH})\} / \log \alpha$$

Na equação de Fenske, V_{CH} e V_{TL} correspondem às frações molares na fase vapor e L_{CH} e L_{TL} às frações molares no líquido, respectivamente para a mistura cicloexano e tolueno. O fator de volatilidade, α, tem um valor de 2,33 para esta mistura.

Através do conhecimento do valor do índice de refração encontrado experimentalmente para a 1ª fração, determina-se a correspondente fração molar de cicloexano na fase vapor (V_{CH}), pela curva de calibração. A fração molar de tolueno na fase de vapor (V_{TL}) será igual a [1 - (V_{CH})]. Para relacionar a composição no vapor e no líquido da mistura cicloexano/tolueno, deve-se construir o gráfico de % molar de cicloexano em função da temperatura, com os dados da Tabela 1. Então, uma vez conhecida a composição de cicloexano (V_{CH}), encontra-se neste gráfico o valor correspondente ao (L_{CH}).

A altura equivalente a um prato teórico (HEPT) poderá ser calculada medindo-se o comprimento do empacotamento da coluna e dividindo-se por n-1. O balão de fundo redondo fornece um prato teórico, de forma que o número de pratos teóricos da coluna será de n-1. Uma coluna mais eficiente tem um menor valor de HEPT.

$$\text{HEPT} = \text{altura do empacotamento da coluna} / (n - 1)$$

Tabela 1: Composição de uma mistura cicloexano/tolueno em função da temperatura.

% MOLAR DE CICLOHEXANO		T (^oC)
VAPOR	LÍQUIDO	
0	0	110,7
10,2	4,1	108,3
21,2	9,1	105,9
26,4	11,8	103,9
34,8	16,4	101,8
42,2	21,7	99,5
49,2	27,3	97,4
54,7	32,3	95,5
59,9	37,9	93,8
66,2	45,2	91,9
72,4	53,3	89,8
77,4	59,9	88,0
81,1	67,2	86,6
86,4	76,3	84,8
89,5	81,4	83,8
92,6	87,4	82,7
97,3	96,4	81,1
100,0	100,0	80,7

QUESTIONÁRIO

1. Por que a destilação simples não é usada na separação de líquidos de ponto de ebulição relativamente próximos?
2. Por que no início da destilação, o balão deve estar cheio a dois terços de sua capacidade?
3. Por que é perigoso aquecer um composto orgânico em uma aparelhagem totalmente fechada?
4. Qual a função da pedra de porcelana porosa, pedra pomes ou bolinhas de vidro em uma destilação?
5. Por que a água do condensador deve fluir em sentido contrário à corrente dos vapores?
6. Em que casos se utiliza condensador refrigerado a ar. Justifique.
7. Por que misturas azeotrópicas não podem ser separadas por destilação?

8. Diferenciar destilação simples de destilação fracionada.

BIBLIOGRAFIA:

1. SOARES, B.G.; SOUSA, N.A.; PIRES, D.X. *Química orgânica: teoria e técnicas de preparação, purificação e identificação de compostos orgânicos*. Rio de Janeiro, Guanabara. 1988.

2. VOGEL, A.I. *Química orgânica: análise orgânica qualitativa*. 2. ed. Rio de Janeiro Ao Livro Técnico S. A., 1981. V. 1.

Experimento 07: PREPARAÇÃO DE POLÍMEROS

Introdução:

A polimerização é um processo de formação de moléculas de alto peso molecular a partir da combinação de diversas moléculas de menor tamanho, idênticas ou não, denominadas monômeros. Usualmente os monômeros possuem duas ou mais funções químicas em sua estrutura. Estas funções podem ser: ligações múltiplas reativas (C=C, C=O, C≡C, etc.), hidroxilas, carboxilas seus derivados, compostos heterocíclicos (epóxidos, lactamas, lactonas, etc.). O tamanho das cadeias e a possibilidade de interligação entre elas fazem com que polímeros possuam propriedades físicas e mecânicas próprias. A partir destas características mecânicas, podem ser classificados como:

- *Elastômeros*: polímeros que, à temperatura ambiente, possuem uma boa elasticidade.

- *Plásticos:* sólidos à temperatura ambiente, mas que em determinado estágio de seu processamento são fluidos, podendo ser moldados.

- *Fibras*: polímeros lineares, cujas cadeias são orientadas longitudinalmente.

Quanto à fusibilidade, podem ser:

- *Termoplásticos:* capazes de fundir-se por aquecimento e solidificar-se por resfriamento.

- *Termorrígidos:* capazes de adquirir, por aquecimento ou outro tratamento, uma estrutura tridimensional, com ligações cruzadas, insolúveis e não passíveis de serem fundidos.

As reações de polimerização, na verdade, são reações clássicas dos compostos orgânicos e podem envolver adição ou condensação. A polimerização por adição, também chamada de polimerização em cadeia ou poli-adição, ocorre principalmente com monômeros vinílicos ou que contenham ligações múltiplas

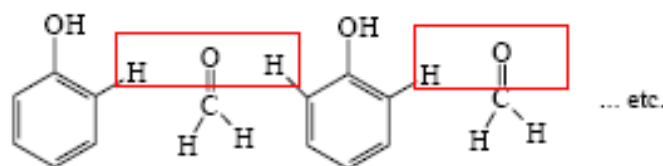
reativas. Pode ser radicalar ou iônica, com mecanismos muito semelhantes àqueles de reações de adição. A reação envolve, basicamente, três etapas:

- *Iniciação*: ao monômero é adicionado uma molécula iniciadora, dando origem a um intermediário reativo.

- *Propagação:* reações sucessivas e rápidas onde são consumidas e produzidas mais espécies reativas.

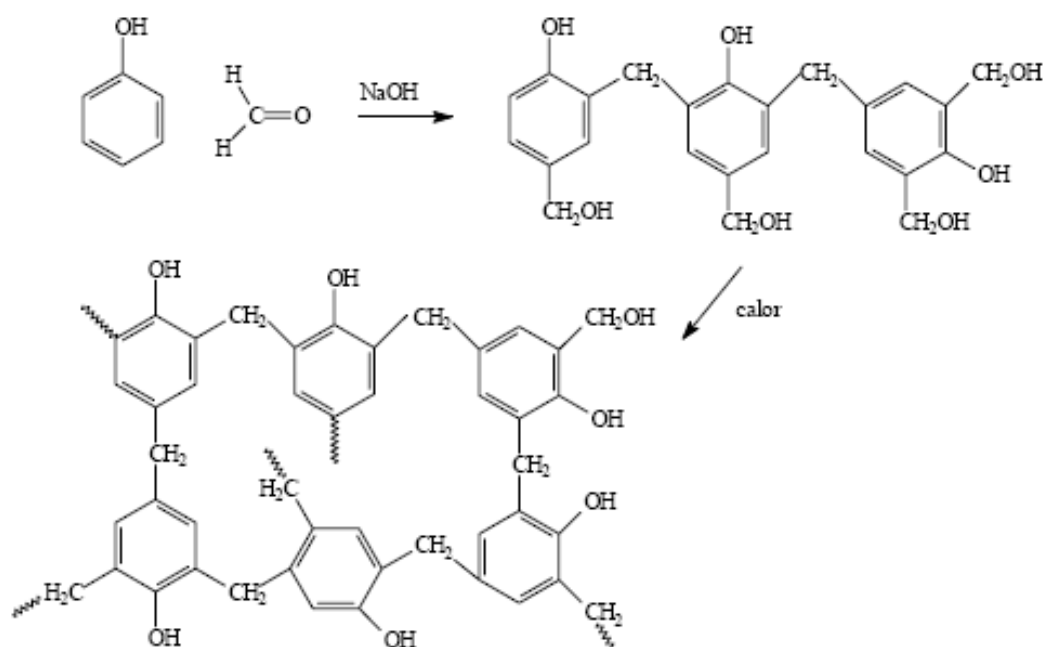
- *Finalização:* interrupção da reação em cadeia, ou pelo consumo de material reativo, ou pela adição de uma espécie reativa à porção terminal da cadeia.

As poli-adições são caracterizadas pelo crescimento rápido das cadeias. As macromoléculas resultantes geralmente possuem cadeias longas, formadas por unidades estruturais idênticas.

A polimerização por condensação, geralmente ocorre entre grupos funcionais diversos dando origem a novas funções. Assim, um ácido policarboxílico pode reagir com uma diamina ou um diol, fornecendo uma poliamida ou um poliéster, respectivamente. As reações se processam de forma semelhante àquelas entre moléculas mono-funcionais. O crescimento da cadeia é lento e geralmente, depende da extração, do meio de reação, dos subprodutos gerados (água, amônia, etc.).

Quando cada monômero possui apenas dois grupos funcionais, a cadeia formada é linear, mas quando no monômero está presente ao menos mais um grupo funcional, o polímero resultante é ramificado.

Em 1909, L. Baekeland demonstrou que era possível produzir plásticos com formol, em presença de ácido ou base como catalisador. Estes polímeros são denominados baquelite.

O nylon é o nome genérico para polímeros de amida e foi preparado pela primeira vez por W. Carothers, no início do século. Estes polímeros são largamente utilizados na engenharia, devido a sua alta resistência ao impacto e a abrasivos, bem como na manufatura de fibras, com uma grande aplicação na indústria têxtil e na fabricação de cordas de alta resistência.

A resina de fenol/formaldeído é utilizada, na fase solúvel, em revestimentos. Após resfriamento, passa a ser um polímero termorrígido que pode ser empregado na fabricação de peças industriais elétricas, aparelhos de telefone, interruptores, etc.

Material: provetas de 10 mL, béquer de 50 mL, bastão de vidro, balão de fundo redondo, condensador de refluxo, tubos de vidro.

Reagentes: solução de formol 40%, anilina, fragmentos de estanho, ácido clorídrico 6M, fenol, solução de NaOH 40%

Parte Experimental:

Parte 1: Obtenção de nylon:

Em um béquer, adicionar 6,6 mL de solução de ácido clorídrico 6M a 3,4 mL de anilina. Misturar bem. Observar. Deixar a solução em repouso, até que atinja a temperatura ambiente. Em outro béquer, colocar 5mL de solução de formaldeído

40% (formalina) e adicionar a solução concentrada de cloreto de anilina (10 mL) preparada anteriormente. Adicionar um pequeno fragmento de estanho. Observar. Examinar o produto e anotar suas propriedades.

Parte 2: Síntese de resina de fenol-formaldeido:

Em um balão de 100 mL, colocar 5g de fenol, 10 mL de formaldeído e 0,6 mL da solução de NaOH 40%. Adaptar um condensador de refluxo e aquecer a mistura, em banho de óleo, suavemente, até a ebulição. Durante o aquecimento, a mistura adquire uma coloração vermelha e sua viscosidade aumenta.

Manter em ebulição por 1 hora. Após este período a mistura torna-se tão viscosa que as bolhas de ar permanecem presas. Remover o aquecimento e verter imediatamente a massa viscosa em um tubo de vidro. Deixar esfriar. Será obtido um sólido branco, opaco.

ATENÇÃO!!! Lavar imediatamente o balão com a solução de NaOH a 40%, antes que o produto solidifique!

Colocar o tubo em uma estufa a 50 ^{o}C por uma hora e a 70 ^{o}C por 4 horas. Após este tempo será obtida uma massa dura e rósea de plástico.

1) Qual(ais) o(s) objetivo(s) desta prática?

2) Cite exemplos de polímeros conhecidos (ao menos três), mostrando parte de sua fórmula estrutural.

3) Relacione, sob a forma de itens numerados, as etapas a serem seguidas durante a prática.

Experimento 08: DETERMINAÇÃO DO PONTO DE FUSÃO DO NAFTALENO

INTRODUÇÃO: No laboratório, muitas vezes o químico precisa identificar determinados materiais desconhecidos. Para isto utiliza-se propriedade característica das substâncias. Uma delas é a densidade, no entanto, uma propriedade não é suficiente para caracterizar uma substância, uma vez que substâncias diferentes podem, por exemplo, ter densidades semelhantes. Outra propriedade importante para caracterização de uma substância pura é o ponto de fusão. Neste experimento, serão utilizadas duas formas diferentes para determinação do ponto de fusão da naftalina.

OBJETIVOS: Construir a curva de solidificação da naftalina e determinar seu ponto de fusão.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL:

Primeira parte

1. Triture duas bolinhas de naftalina e coloque em um tubo de ensaio.
2. Coloque água em um béquer de 250 mL até aproximadamente um terço de seu volume.
3. Coloque o tubo de ensaio com a naftalina no béquer e aqueça o conjunto, utilizando um bico de Bunsen e uma tela amianto com suporte.
4. Observe o processo de aquecimento. Quando a naftalina estiver quase toda fundida coloque o termômetro dentro dela, observe a variação de temperatura até que toda ela se funda.

ATENÇÃO: Cuidado para não deixar a temperatura ultrapassar o limite máximo do termômetro.

5. Retire o tubo com o termômetro e prenda em um suporte universal. Faça leitura da temperatura de 30 em 30 segundos até que a naftalina se solidifique e anote em uma tabela. Obs. O controle da temperatura pode ser interrompido por volta de 70^0C. Observe as temperaturas de início e fim da solidificação.

ATENÇÃO: Aqueça novamente o tubo para fundir a naftalina e retirar o termômetro. Não tente retirá-lo com a naftalina sólida, poderá quebrá-lo.

Segunda parte

1. Coloque em um béquer aproximadamente um terço de água.

2. Feche a extremidade de um tubo capilar e coloque a amostra triturada em quantidade não superior a 2 mm.

3. Com o auxílio de um anel de borracha prenda o capilar ao termômetro, de forma que a amostra fique na altura do bulbo do termômetro.

4. Prenda este conjunto em um suporte metálico deixando-o mergulhado na água do béquer, conforme figura 1.

5. Inicie o aquecimento. A elevação de temperatura deve ser lenta para melhor observação do termômetro.

6. Anote as temperaturas inicial e final da mudança de estado da amostra.

Verifique no “Handbook of Chemistry and Physics” o valor do ponto de fusão do naftaleno.

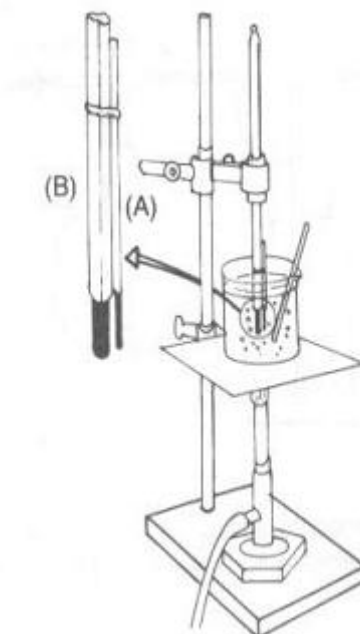



Figura 2: Montagem para determinação do ponto de fusão. A): capilar; B) Termômetro.

QUESTIONÁRIO:

1. Construa um gráfico tempo x temperatura.

2. Interprete o gráfico e determine a temperatura de solidificação da naftalina. Esta temperatura coincide com as suas observações durante o experimento? Comente.

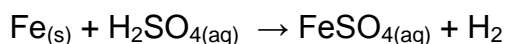
3. A temperatura de solidificação depende da quantidade de naftalina? Por quê?

4. Você determinou a temperatura de solidificação da naftalina. Qual é a temperatura de fusão dela? Justifique sua resposta.

5. Compare os valores encontrados para o ponto de fusão do naftaleno na primeira e segunda parte do trabalho.

Experimento 09: OBTENÇÃO E PURIFICAÇÃO DO SULFATO FERROSO

INTRODUÇÃO: O sulfato ferroso é uma substância utilizada na medicina, como fonte de ferro, para combater a anemia. No laboratório, é razoavelmente fácil a obtenção desta substância por meio da reação de ferro e solução de ácido sulfúrico, conforme a equação seguinte.

$$Fe_{(s)} + H_2SO_{4(aq)} \rightarrow FeSO_{4(aq)} + H_2$$

Para se obter o sulfato ferroso puro será utilizado excesso de um dos reagentes. A água deverá ser eliminada para que se obtenha o produto desejado na forma sólida.

OBJETIVOS: Obter sulfato ferroso a partir de esponja de aço e ácido sulfúrico e utilizando técnicas de separação de misturas.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Coloque, em um béquer de 100 mL, 50 mL de solução de ácido sulfúrico 20/% v/v e adicione uma esponja de aço (~7 gramas). Observe. Aqueça lentamente o béquer e observe o efeito da temperatura. Após o aquecimento coloque o béquer na capela, pois as impurezas contidas na esponja produzem alguns gases tóxicos. Aguarde o final da reação.

Ao final da reação, faça uma filtração simples para separar as impurezas e resíduos da solução de sulfato ferroso. Recolha o filtrado em um béquer, devidamente limpo. Abandone o resíduo contido no papel de filtro.

Para facilitar separação do sulfato ferroso da água, adicione 50mL de álcool etílico à solução filtrada e agite com um bastão de vidro. Observe.

Observação: Não é conveniente evaporar a água, como processo de separação, neste caso, o íon Fe^{2+} oxidará.

Faça filtração à vácuo da mistura existente no béquer. Deixe secar o sulfato ferroso e transfira para um frasco devidamente rotulado e guarde-o.

QUESTIONÁRIO:

1. Construa um fluxograma da obtenção do sulfato ferroso.
2. A partir de suas observações, qual deve ter sido a substância em excesso utilizada na obtenção do sulfato ferroso? Explique.
3. Qual foi a função do álcool etílico na obtenção do sulfato ferroso?
4. Se tivéssemos optado por evaporar a água, e não adicionar álcool etílico, a substância obtida seria sulfato ferroso? Por quê?
5. Por que foi utilizada filtração à vácuo, no item 4, e não filtração simples?

Experimento 10: PILHA ELETROQUÍMICA

Equipamento necessário

- 2 béqueres de 250 mL
- 1 bastão de vidro
- 1 proveta de 1 L
- 1 voltímetro ou multímetro
- 1 lâmina de zinco de aproximadamente 1 cm X 10 cm com um furo numa das extremidades.
- 1 lâmina de cobre de aproximadamente 1 cm X 10 cm com um furo numa das extremidades.
- 1 tubo de vidro em U
- 1 balança
- 2 pedaços de fio de cobre fino e encapado de aproximadamente 10 cm
- fita isolante
- algodão

Componentes

- água destilada
- sulfato de zinco
- nitrato de potássio
- sulfato de cobre

Procedimento

- Em um béquer, dilua 5 g de sulfato de cobre em 50 mL de água.
- Em outro béquer, dilua 5 g de sulfato de zinco em 50 mL de água.
- Ligue cada lâmina a um fio de cobre independente, fixando-os nos furos preexistentes.
- Conecte a outra extremidade dos fios a um dos terminais do voltímetro ou multímetro, e fixe-os, se necessário, com a fita isolante.
- Faça uma solução saturada de nitrato de potássio e preencha o tubo em U.
- Coloque pedaços de algodão nas bocas do tubo em U, de modo que fiquem fixos.
- Com o auxílio de luvas, emborque o tubo em U de tal forma que cada uma das bocas fique em um béquer diferente.
- Insira a lâmina de cobre na solução de sulfato de cobre e a de zinco na de sulfato de zinco.
- Leia no marcador do voltímetro ou multímetro, conforme o caso, a diferença de potencial ali indicada.

Questões

1. Qual o valor lido no voltímetro ou multímetro?

2. Qual o nome dado ao equipamento montado?

3. Qual é a reação de oxidação e a reação de redução?

4. Qual é a equação global para o sistema?

5. Calcule a diferença de potencial do sistema. Dados: Para o eletrodo Zn/Zn^{2+}: $E^o_{oxid} = +0,76$ V, para o eletrodo Cu/Cu^{2+}: $E^o_{oxid} = -0,34$ V.